SNI 6989.79:2011

SNI

Standar Nasional Indonesia

Air dan air limbah – Bagian 79: Cara uji nitrat (NO_3-N) dengan spektrofotometer UV-visibel secara reduksi kadmium

ICS 13.060.50

Badan Standardisasi Nasional

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, Copy standar ini dibuat untuk penayangan di website dan tidak untuk di komersialkan"

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, Copy standar ini dibuat untuk penayangan di website dan tidak untuk di komersialkan"

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, Copy standar ini dibuat untuk penayangan di website dan tidak untuk di komersialkan"

© BSN 2011

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi i
Prakata iii
1 Ruang lingkup 1
2 Istilah dan definisi 1
3 Cara uji 2
4 Pengendalian mutu 6
5 Presisi dan bias 7
6 Rekomendasi 7
Lampiran A (normatif) Pelaporan 8
Lampiran B (informatif) Pengggangu 9
Lampiran C (informatif) Uji coba metode uji nitrat oleh satu laboratorium dan satu analis (Penentuan bias dan presisi metode) 10
Bibliografi 12

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, Copy standar ini dibuat untuk penayangan di website dan tidak untuk di komersialkan"

Prakata

SNI 6989.79:2011 dengan judul *Air dan air limbah – Bagian 79: Cara uji nitrat (NO_3-N) dengan Spektrofotometer UV-Visibel secara reduksi kadmium* dipergunakan untuk cara uji nitrat (NO_3-N) dengan spektrofotometer UV-visibel secara reduksi kadmium. SNI ini dikonsensuskan oleh Sub Panitia Teknis 13-03-S1, *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 13-03, *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis dan pemerintah terkait pada tanggal 28 – 29 Oktober 2009 di Jakarta. SNI ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal 28 Mei 2010 sampai dengan 28 Juli 2010 dan diperpanjang hingga 28 Agustus 2010, dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, Copy standar ini dibuat untuk penayangan di website dan tidak untuk di komersialkan"

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, Copy standar ini dibuat untuk penayangan di website dan tidak untuk di komersialkan"

Air dan air limbah – Bagian 79: Cara uji nitrat (NO_3-N) dengan Spektrofotometer UV-Visibel secara reduksi kadmium

1 Ruang lingkup

Cara Uji pengujian ini digunakan untuk menentukan kadar nitrat (NO_3^--N) dalam air dan air limbah secara spektrofotometri menggunakan kolom reduksi kadmium dengan kisaran pengukuran 0,01 mg sampai 1,0 mg NO_3^--N/L dengan tebal kuvet (*path length*) 1 cm atau lebih, pada panjang gelombang 543 nm.

2 Istilah dan definisi

2.1
air bebas mineral
air yang diperoleh dengan cara penyulingan ataupun proses demineralisasi sehingga diperoleh air dengan konduktifitas lebih kecil dari 2 µS/cm

2.2
kurva kalibrasi
grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan serapan yang merupakan garis lurus

2.3
larutan blanko
air bebas mineral yang diperlakukan sama dengan contoh uji

2.4
larutan induk nitrat (NO_3^--N)
larutan yang mempunyai kadar nitrat 100 mg NO_3^--N/L yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang rendah

2.5
larutan baku nitrat (NO_3^--N)
larutan induk nitrat yang diencerkan dengan air bebas mineral sampai kadar tertentu

2.6
larutan kerja nitrat (NO_3^--N)
larutan baku nitrat yang diencerkan dan digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, Copy standar ini dibuat untuk penayangan di website dan tidak untuk di komersialkan"

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Senyawa nitrat dalam contoh uji direduksi menjadi nitrit oleh kadmium (Cd) yang dilapisi dengan tembaga (Cu) dalam suatu kolom. Nitrit total yang terbentuk bereaksi dengan sulfanilamid dalam suasana asam menghasilkan senyawa diazonium. Senyawa diazonium kemudian bereaksi dengan *N-(1-naphthyl)-ethylenediamine dihydrochloride* (NED) yang berwarna merah muda. Senyawa azo ini ekivalen dengan senyawa diazonium yang ekivalen dengan nitrit total. Warna merah diukur absorbansinya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang disekitar 543 nm.

Untuk menentukan nitrit dalam contoh uji dengan nitrit yang berasal dari hasil reduksi nitrat dilakukan penetapan nitrit tanpa melewatkan contoh uji pada kolom reduksi kadmium.

Kadar nitrat diperoleh dengan mengkoreksi hasil total nitrit yang didapat dari hasil reduksi dengan hasil nitrit yang diperoleh tanpa melewati kolom reduksi kadmium.

3.2 Bahan

a) air bebas mineral;

b) serbuk kalium nitrat (KNO_3);

c) butir kadmium (Cd) dengan ukuran 20 - 100 mesh;

d) asam klorida (HCl) 6N;

   Masukkan 50 mL HCl pekat ke dalam gelas piala 250 mL yang berisi 50 mL air bebas mineral.

e) larutan tembaga sulfat ($CuSO_4$) 2 % b/v;

   Larutkan 20 g $CuSO_4.5H_2O$ dalam 500 mL air bebas mineral, lalu tepatkan menjadi 1000 mL.

f) butir kadmium-tembaga (Cd-Cu);

   Lakukan pencucian butir Cd-Cu dengan langkah sebagai berikut:

   1) cuci 25 g butir kadmium (20 - 100 mesh) dengan HCl 6N lalu bilas dengan air sampai pH netral;
   2) rendam butir Cd-Cu dengan 100 mL larutan $CuSO_4$ 2 % selama 5 menit sampai warna biru memucat. Buang larutannya, dan ulangi langkah ini dengan larutan $CuSO_4$ baru sampai terbentuk endapan coklat;
   3) bilas dengan air untuk menghilangkan endapan Cu.

g) larutan pekat ammonium klorida-etilendiamin tetra asetat (NH_4Cl-EDTA);

   Larutkan 13 g NH_4Cl dan 1,7 g dinatrium-EDTA dengan 900 mL air bebas mineral dalam gelas piala 1000 mL. Atur pH 8,5 dengan NH_4OH pekat lalu tepatkan menjadi 1000 mL dengan air bebas mineral.

h) larutan NH_4Cl-EDTA encer;

   Masukkan 300 mL NH_4Cl-EDTA pekat dalam gelas piala 500 mL,encerkan dengan air bebas mineral menjadi 500 mL.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, Copy standar ini dibuat untuk penayangan di website dan tidak untuk di komersialkan"

i) larutan pewarna;

Kedalam 800 mL air bebas mineral dalam gelas piala 1000 mL, tambahkan 100 mL asam fosfat (H_3PO_4) 85 % dan 10 g Sulfanilamid. Setelah larut tambahkan 1 g NED, kocok sampai larut. Tepatkan menjadi 1000 mL dengan air bebas mineral. Larutan ini stabil selama 1 bulan dengan penyimpanan dalam botol gelap pada temperatur 4 °C ± 2 °C (*refrigerator*).

3.3 Peralatan

a) spektrofotometer *visible*;

b) pH meter;

c) labu ukur 50 mL; 100 mL dan 1000 mL;

d) pipet volumetrik 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 4 mL; 8 mL dan 10 mL;

e) gelas ukur 50 mL; 100 mL dan 200 mL;

f) gelas piala 100 mL; 250 mL; 500 mL dan 1000 mL;

g) oven;

h) desikator;

i) kolom reduksi kadmium;

j) timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg; dan

k) botol semprot.

3.4 Pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera diuji, maka contoh uji diawetkan. Sebelum diawetkan, ukur dan catat volume contoh uji. Pengawetan dilakukan sesuai petunjuk di bawah ini:

Wadah	:	Botol plastik *(polyethylene)* atau botol gelas.
Pengawet dan lama penyimpanan	:	a) Untuk pengujian nitrat-nitrit, tambahkan H_2SO_4 sampai pH lebih kecil dari 2. Lama penyimpanan 28 hari. b) Untuk pengujian nitrit lakukan pendinginan. Lama penyimpanan 48 jam.
Kondisi Penyimpanan	:	4 °C ± 2 °C.

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Pembuatan larutan induk nitrat 100 mg NO_3^--N/L

a) keringkan serbuk kalium nitrat (KNO_3) dalam oven pada suhu 105 °C selama 24 jam, kemudian dinginkan dalam desikator;

b) timbang 0,722 g kalium nitrat (KNO_3), kemudian larutkan dengan 100 mL air bebas mineral di dalam labu ukur 1000 mL;

c) tepatkan sampai tanda tera;

d) awetkan dengan menambahkan 2 mL $CHCl_3$/L.

CATATAN Larutan ini stabil maksimal 6 bulan.

© BSN 2011

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, Copy standar ini dibuat untuk penayangan di website dan tidak untuk di komersialkan"

3.5.2 Pembuatan larutan baku nitrat 10 mg NO_3^--N/ L

a) pipet 100 mL larutan induk nitrat ke dalam labu ukur 1000 mL;

b) tambahkan air bebas mineral sampai tepat tanda tera;

c) awetkan dengan menambahkan 2 mL $CHCl_3$/L.

CATATAN Larutan ini stabil maksimal 6 bulan.

3.5.3 Pembuatan larutan kerja nitrat (NO_3^--N)

Buat deret larutan kerja dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 (tiga) kadar yang berbeda dalam labu ukur 100 mL secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran. Larutan kerja ini dibuat setiap akan digunakan.

3.5.4 Pembuatan dan uji efisiensi kolom reduksi

a) masukkan *glass wool* ke bagian bawah kolom reduksi, lalu isi dengan air bebas mineral.

CATATAN Hindari kontak langsung dengan *glass wool*.

b) masukkan butir Cd-Cu secukupnya sehingga panjang kolom 18,5 cm. Jaga permukaan air selalu lebih tinggi dari butir Cd-Cu untuk mencegah gelembung udara terperangkap;

c) cuci kolom dengan 200 mL larutan NH_4Cl-EDTA encer;

d) atur kecepatan alir pada 7-10 mL/ menit;

e) lakukan uji efisiensi kolom dengan melewatkan sedikitnya 100 mL larutan campuran 1:3 standar 1,0 mg NO_3^--N /L dan larutan NH_4Cl-EDTA pekat;

f) hitung efisiensi kolom reduksi dengan cara melewatkan satu kadar larutan kerja NO_3^- N lalu bandingkan kadar nitrit yang dihasilkan dengan menggunakan kurva kalibrasi dengan larutan kerja NO_2^- N yang sama konsentrasinya. Jika efisiensi kolom dibawah 75 % aktifkan kembali butir Cd-Cu sesuai dengan butir 3.2.f)

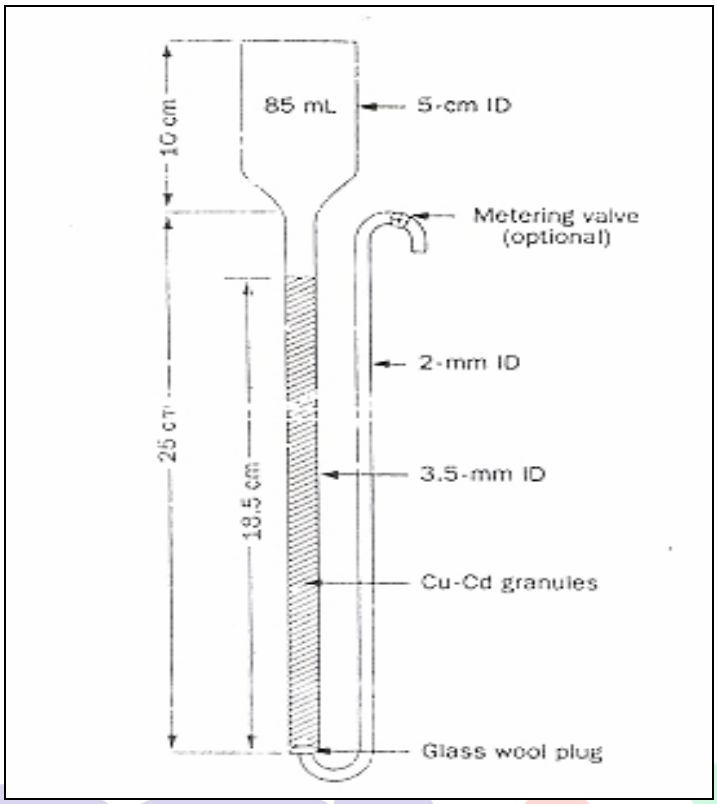
$$\text{Efisiensi} = \frac{A}{B} \times 100\% \qquad (1)$$

Keterangan:
A adalah kadar nitrit yang dihasilkan dari larutan standar nitrat yang direduksi;
B adalah kadar nitrit yang dihasilkan dari larutan standar nitrit.

CATATAN 1 Kolom tidak perlu dicuci setiap melakukan reduksi antar contoh uji. Jika dalam waktu lama kolom tidak dipergunakan, lewatkan 50 mL larutan NH_4Cl-EDTA encer dan rendam butir Cd-Cu di dalamnya (jangan biarkan butir Cd-Cu kering).

CATATAN 2 Untuk mengetahui efisiensi kolom reduksi gunakan kurva kalibrasi nitrit dengan deret larutan kerja dengan 1 blanko dan minimal 3 kadar yang berbeda secara proporsional pada rentang pengukuran 0,01 – 1 mg $N0_2^-$N/L.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, Copy standar ini dibuat untuk penayangan di website dan tidak untuk di komersialkan"



Gambar 1 - Contoh kolom reduksi kadmium

3.5.5 Pembuatan kurva kalibrasi

a) optimalkan alat uji spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat untuk pengujian kadar nitrat;

b) kedalam masing-masing 25 mL larutan kerja tambahkan 75 mL larutan NH_4Cl-EDTA pekat lalu kocok;

c) lewatkan larutan di atas ke dalam kolom reduksi, atur kecepatan 7 - 10 mL/menit;

d) buang 25 mL tampungan pertama;

e) selanjutnya tampung dalam labu;

f) ukur 50 mL larutan yang sudah direduksi dan masukkan ke dalam *erlenmeyer* 50 mL;

g) tambahkan 2 mL larutan pewarna dan kocok;

h) baca absorbansinya dalam kisaran waktu antara 10 menit sampai 2 jam setelah penambahan larutan pewarna;

i) buat kurva kalibrasi dengan mengukur absorbansinya pada panjang gelombang 543 nm dan tentukan persamaan garis lurusnya;

j) jika koefisien korelasi regresi linier (r) lebih kecil dari 0,995, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pembuatan kurva kalibrasi hingga diperoleh nilai koefisien $r \geq 0,995$.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, Copy standar ini dibuat untuk penayangan di website dan tidak untuk di komersialkan"

3.6 Cara uji

a) atur pH contoh uji antara 7 - 9 dengan menambahkan HCl atau NaOH;

b) siapkan 25 mL contoh uji ke dalam labu ukur 100 mL;

c) tambahkan 75 mL larutan NH_4Cl-EDTA pekat kemudian kocok;

d) lewatkan larutan tersebut melalui kolom reduksi dengan laju alir 7 - 10 mL/menit;

e) buang 25 mL tampungan pertama;

f) tampung eluat berikutnya dengan *erlenmeyer* atau gelas piala yang bersih dan kering;

g) ambil secara kuantitatif 50 mL eluat ke dalam *erlenmeyer* atau gelas piala;

h) tambahkan secara kuantitatif 2 mL larutan pewarna, kemudian dikocok;

i) ukur serapannya dalam waktu antara 10 menit sampai 2 jam setelah penambahan larutan pewarna pada panjang gelombang 543 nm;

j) tentukan kadar nitrit total dari kurva kalibrasi

CATATAN kadar yang terukur adalah kadar nitrit total yang berasal dari nitrit dan nitrat yang telah direduksi menjadi nitrit;

k) uji nitrit secara terpisah dilakukan terhadap 50 mL contoh uji yang sama (tanpa melalui kolom reduksi) sesuai butir 3.6.g) - 3.6.i).

3.7 Perhitungan

$$\text{Kadar nitrat (mg } NO_3\text{-N/L)} = A - B \qquad (2)$$

Keterangan:
A adalah kadar NO_2-N dari kolom reduksi;
B adalah kadar NO_2-N tanpa melewati kolom reduksi.

4 Pengendalian mutu

a) Gunakan bahan kimia pro analisis (pa).

b) Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.

c) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.

d) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.

e) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.

f) Perhitungan koefisien korelasi regresi linier (r) lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.

g) Lakukan uji efisiensi kolom sesuai butir 3.5.4

h) Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5 % - 10 % per *batch* (satu seri pengukuran) atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol kontaminasi.

i) Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5 % - 10 % per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis. Jika Perbedaan Persen Relatif (*Relative Percent Difference, RPD*) sama dengan 20 % maka dilakukan pengukuran ketiga.

© BSN 2011

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, Copy standar ini dibuat untuk penayangan di website dan tidak untuk di komersialkan"

Persen RPD

$$\%RPD = \left| \frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran})/2} \right| \times 100\% \quad (3)$$

j) Lakukan kontrol akurasi dengan spike matrik dengan frekuensi 5 % - 10 % per satu seri pengukuran atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10. Kisaran persen temu balik adalah 80 % - 110 %

Persen temu balik (% *recovery*, %R)

$$\%R = \left(\frac{A}{B}\right) \times 100\% \quad (4)$$

dengan pengertian:

A adalah kadar larutan standar yang diperoleh, dinyatakan dalam miligram per liter (mg/L);
B adalah kadar standar (*target value*), dinyatakan dalam miligram per liter (mg/L).

5 Presisi dan bias

Standar ini telah melalui uji coba oleh satu laboratorium dan satu analis menggunakan tebal kuvet (*path length*) 5 cm, CRM Lot.no.123081 (*traceable NIST SRM 3185*) dengan nilai sertifikat (30,6 ± 0,109) mg NO_3-N/L yang telah diencerkan 100 kali sehingga diperoleh kadar (0,306 ± 0,001) mg NO_3-N/L, dengan tingkat presisi (% RSD) 0,166 dan akurasi (bias metode) -0,056 %.

6 Rekomendasi

Buat *control chart* untuk akurasi dan presisi analisis.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, Copy standar ini dibuat untuk penayangan di website dan tidak untuk di komersialkan"

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

1) Parameter yang dianalisis.
2) Nama analis.
3) Tanggal analisis.
4) Rekaman hasil pengukuran duplo.
5) Rekaman kurva kalibrasi.
6) Nomor contoh uji.
7) Tanggal penerimaan contoh uji.
8) Rekaman hasil perhitungan.
9) Hasil pengukuran persen *spike matrix* atau standar kerja dan CRM atau *blind sample* (bila dilakukan).
10) Kadar analit dalam contoh uji.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, Copy standar ini dibuat untuk penayangan di website dan tidak untuk di komersialkan"

Lampiran B
(informatif)
Pengganggu

B.1 Adanya zat padat tersuspensi dalam contoh uji akan mengurangi kecepatan alir kolom reduksi. Hilangkan zat padat tersuspensi dengan cara menyaring menggunakan saringan *fiber glass* atau saringan membran 0,45 µm.

B.2 Contoh uji yang mengandung besi, tembaga atau logam lainnya dalam konsentrasi tinggi, akan menurunkan efisiensi reduksi. Hal ini dapat diatasi dengan menambahkan EDTA kedalam contoh uji.

B.3 Minyak dan lemak dapat melapisi permukaan kadmium. Gangguan ini dapat dihilangkan dengan mengekstraksi contoh uji menggunakan n-heksana.

B.4 Sisa klor dapat mengoksidasi kadmium, sehingga menurunkan efisiensi reduksi. Hilangkan pengganggu ini dengan menambahkan natrium tiosulfat.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, Copy standar ini dibuat untuk penayangan di website dan tidak untuk di komersialkan"

Lampiran C
(informatif)
Uji coba metode uji nitrat oleh satu laboratorium dan satu analis
(Penentuan bias dan presisi metode)

CRM nitrat-N Cat. No:123081 : 30,6 ± 0,109 mg/L

Pengenceran 100 kali : 0,306 ± 0,001 mg/L

Instrumen: spektrofometer dengan panjang kuvet = 5 cm

Tabel C.1 - Data hasil pengujian

Pengulangan	Hasil (mg/L)	% R	% Bias Metode
Tanggal Pengujian: 9 Desember 2009			
1	0,306	99,84	-0,16
2	0,305	99,77	-0,23
3	0,306	99,97	-0,03
4	0,306	99,97	-0,03
5	0,305	99,67	-0,33
6	0,305	99,74	-0,26
7	0,306	99,90	-0,10
8	0,305	99,77	-0,23
9	0,305	99,64	-0,36
10	0,305	99,77	-0,23
Tanggal Pengujian: 10 Desember 2009			
1	0,307	100,16	0,16
2	0,306	100,10	0,10
3	0,306	99,97	-0,03
4	0,305	99,80	-0,20
5	0,306	99,87	-0,13
6	0,306	100,03	0,03
7	0,306	99,97	-0,03
8	0,305	99,77	-0,23
9	0,306	100,00	0,00
10	0,305	99,80	-0,20

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, Copy standar ini dibuat untuk penayangan di website dan tidak untuk di komersialkan"

Tabel C.1 - Data hasil pengujian (lanjutan)

Pengulangan	Hasil (mg/L)	% R	% Bias Metode
Tanggal Pengujian: 11 Desember 2009			
1	0,307	100,33	0,33
2	0,307	100,20	0,20
3	0,306	100,07	0,07
4	0,306	99,90	-0,10
5	0,306	100,00	0,00
6	0,306	99,93	-0,07
7	0,306	100,07	0,07
8	0,306	100,07	0,07
9	0,306	100,13	0,13
10	0,306	100,13	0,13
Rerata	**0,306**	**99,944**	**-0,056**
Standar deviasi	**0,001**	**0,166**	
%RSD (Presisi Metode)	**0,166**		

Nilai CRM NO_3-N setelah diencerkan 100 kali : 0,306463 – 0,001366 mg/L

Range pembacaan : 0,30463 - 0,307366 mg/L

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, Copy standar ini dibuat untuk penayangan di website dan tidak untuk di komersialkan"

Bibliografi

Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water, 4500-NO_3^- NITROGEN (NITRATE), 21st, 2005

Komite Akreditasi Nasional, SR 02 Persyaratan tambahan untuk akreditasi laboratorium pengujian kimia dan biologi, 2004

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, Copy standar ini dibuat untuk penayangan di website dan tidak untuk di komersialkan"